

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 52-011180

(43)Date of publication of application : 27.01.1977

---

(51)Int.Cl. B01J 13/02  
// B05D 7/00

---

(21)Application number : 50-086991 (71)Applicant : NEW JAPAN CHEM CO LTD

(22)Date of filing : 17.07.1975 (72)Inventor : TANI SHOJI  
TABATA KOICHI  
TAIJI KENJI

---

(54) PROCESS OF COVERING DISPERSED PARTICLES

(57)Abstract:

PURPOSE: A process of covering dispersed particles which permits a closed system.

## CONVENTIONAL TECHNIQUE 2 (JP,S52-11180,A)

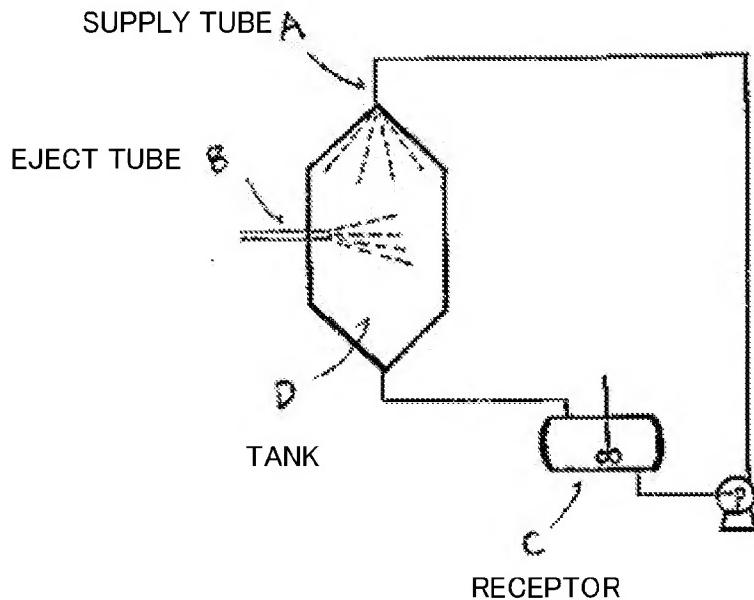


FIG.1

Conventional technique 2 (JP,S52-11180,A)

This invention relates to a process of covering dispersed particle.

Fig.1 is a simple diagram of the device.

The controlled water (controlled to the predetermined ph or including the predetermined polyvalent metal ion) is sprayed from supply tube A into tank D. The other material is sprayed from eject tube B into tank D. These sprayed liquids drop downwardly of tank D to be received by receptor C.



(第44600)

消印不明  
提出年月日不明  
特許二号

## 特許願(1)

昭和50年7月16日

特許長官 斎藤英雄殿

1. 発明の名称 分散粒子の被覆方法

2. 発明者

住 所 京都市伏見区霞島矢倉町1-3番地

新日本理化株式会社内

氏名 答 昭 (姓が4名)  
3. 特許出願人 方式審査

郵便番号 612

住 所 京都市伏見区霞島矢倉町1-3番地

名 称 新日本理化株式会社

代表者 取締役社長 村井幸一  
50.086.301

## 明細書

1. 発明の名称 分散粒子の被覆方法

2. 特許請求の範囲

水溶性樹脂を溶解せしめた水溶液中に、水に不溶性の粉末状又は油状物質を分散させた原料液を、該水溶性樹脂が水不溶性となるpHに調節した水、もしくは該水溶性樹脂と反応して金属塩架橋を作り、水不溶性となる金属イオンを含む水が、シャワー状に噴霧されている状態の中に噴霧して両者を接触せしめて、該水溶性樹脂を固化して粉末状又は油状物質を被覆した粒子を得ることを特徴とする分散粒子の被覆方法。

3. 発明の詳細なる説明

本発明は水溶性樹脂の固化による分散粒子の新規なる被覆法に関する。

物質粒子の被覆は物質の外界よりの保護・変質防止・効力の持続化等の目的でよく行なわれる手段である。例えばこれまで感圧性複写紙の分野、液体香料・油脂等の分野において利用さ

⑯ 日本国特許庁

## 公開特許公報

⑯ 特開昭 52-11180

⑯ 公開日 昭52.(1977) 1.27

⑯ 特願昭 50-86991

⑯ 出願日 昭50.(1975) 7.17

審査請求 有 (全3頁)

府内整理番号

7433 4A  
7006 37

⑯ 日本分類

130D33  
240B0⑯ Int.CI<sup>2</sup>B01J 13/02//  
B05D 7/00

れている。

従来、この目的にかならず手段として種々の方法が知られているが、それぞれ長所・短所があり更に優れた手段の出現が待たれていた。従来の方法として代表的なものを上げれば、親水性コロイドを利用するコアセルベーション法・界面重合法・スプレードライ法等であり、コアセルベーション法では良質な被膜のものが得られるかわりに操作が煩雑であり、界面重合法では油状の物質はコーティングしにくく、スプレードライ法はマスプロセスであるが内包物を保護するのに多量の被膜材が必要といった欠点があった。

本発明者らは長年にわたる研究の結果、水溶性樹脂を溶解してなる水中にこれに不溶の物質を分散又は乳化分散した原料液(1)を水溶性高分子が固化するような条件に調節した固化水をシャワー状に噴霧しておき、この霧状気中に(1)を、高圧ポンプ又は二流体ノズル法により微細な液滴状に噴霧すると液滴が固化水に接触すると同

時に固化し分散粒子を含んだ真珠状の粒子を得る事の可能な事を発見した。本法によると、粒子中の芯物質の割合は任意に変える事が出来、<sup>5</sup> 适当的な芯物質と被覆樹脂の組合せを選べば液状物を見掛け上良質な粉体による事も可能である。

本法の目的にかならず水溶性樹脂としてアクリル酸ーアクリル酸メチル共重合体、メタアクリル酸ービニルエーテル共重合体、ビニルスルホン酸ービニルエーテル共重合体、マレイン酸樹脂、酢酸フタル酸セルロース、ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート、4-ビニルビリジンースチレン共重合体、2-メチル-5-ジニルビリジン-メタアクリル酸共重合体、N-ブチルマレイミドースチレン共重合体、ポリビニルビリジン等があげられる。

これら高分子化合物は特定の pH 領域では水に可溶性でかつ他の特定の pH 領域では不溶性となる事および特定の多価金属塩水溶液中では金属イオン架橋を生じ不溶性となり凝固し析出する。pH 調節は pH 緩衝液、酸、アルカリによ

(3)

別の原料液噴霧管④より、分散粒子を含む水溶性樹脂原料液⑤を噴霧する。この場合④は加圧噴霧法により 5.0 ~ 30.0 kg/cm<sup>2</sup> の圧力下に噴霧してもよく、二流体ノズル法により噴霧してもよい。噴霧により微細な液滴となつた⑤は、固化水に接触して固化し微粉状になると同時に装置の下部の受器⑥へ固化水とともに落下する。固化水は装置の側壁をも流下する様にしておいて微粒子が装置へ付着する事を防止するようとする。受器⑥に貯った固化水は粒子被膜が充分固化するまで攪拌を続ける。粒子が固化するに必要な時間は水の pH、金属イオンの種類、樹脂の種類によって異なるが長時間必要な場合でも 1 時間も攪拌すれば充分である。受器⑥に貯った固化水は粒子のみ済別しそのまま固化水として装置内へ反覆使用される。粒子は場合によつては、適当な pH に調節した水にて水洗し済別乾燥される。以上の如くして得られた粉体は流动性の良い真珠状の粉末で、内包物の保護、効力持続化、形態の変化による取扱いの容易さ

(5)

で行う事が出来又、多価金属イオンとしてはカルシウム、アルミニウム、マグネシウム、亜鉛、マンガン、鉄等の二価以上のものが使用出来る。

樹脂の種類は内包物との組合せによって決められる場合が多く、例えば内包物が酸性水に溶解する場合は、アルカリ水に溶解しかつ中性水又は中性又はアルカリ性を示す金属イオン水中で固化する様な樹脂が選ばれる。その濃度は 3 ~ 20 % が一般的であるが、強固な被覆大粒子径の粉体を得る目的の為には一般には高濃度程好ましい。

内包物としては一般的に樹脂の可溶性状態の水に不溶なものならいかなるものでもよく、常温で固体状・液体状いずれも何ら制限される事はない。

本発明の実施態様を図にもとづいて説明すると、まず所定の pH に調整した水又は所定の多価金属イオンを含む水（以下固化水と称す）を供給管⑧より、シャワー状に塔⑨内に噴霧し、

(4)

等の目的の為に充分使用しうるものである。

本発明により分散物の被覆は商業的生産の場合においても完全にクローズドシステム化が可能で、従来法に比較して生産性、公害防止上秀れた特徴を有する方法である。

#### 実施例 1

ヒドロキシプロピルメチルセルロースフタレート 1.0 g を 0.235 規定のカセイソーダ水溶液 100 ml 中に溶解した樹脂水溶液中にジオクチルアジペート 3.0 g を加えホモミキサーにより充分攪拌して後、二流体ノズル法（空気圧力 4 kg/cm<sup>2</sup>、試料圧力 1 kg/cm<sup>2</sup>）により、固化水（0.1 規定塩酸水溶液）のシャワー状に噴霧してある塔内にスプレーした後、受器中の粒子を 1.0 分間攪拌し、次いで済別、真空乾燥した結果、平均粒子径 5.5 μ、真比重 1.08 のジオクチルアジペートを内包した微粒子粉体が得られた。

#### 実施例 2

酢酸フタル酸セルロース 1.0 g を 0.235 規

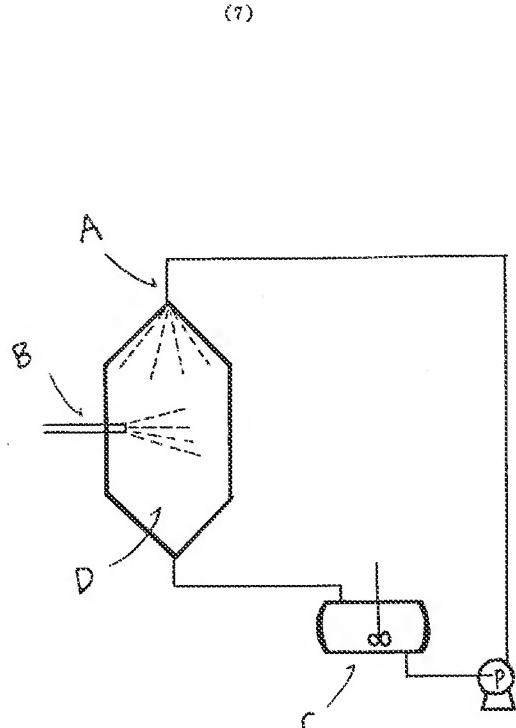
(6)

定のカセイソーダ水溶液 25.0% 中に溶解した樹脂水溶液中に 4,4'-ジアミノジシクロヘキシルメタン 4.0% を分散した原料液を加圧ノズル法 (100 kg/cm<sup>2</sup>) により、固化水（塩化カルシウム 3% の水溶液）をシャワー状に噴霧してある塔内にスプレーした後、沪別乾燥し平均粒子径 3.25 μ、真比重 0.981 の 4,4'-ジアミノジシクロヘキシルメタンを内包した微粒子粉体が得られた。

#### 実施例 3

メチルアクリレート・メタアクリル酸・メチルメタクリレート共重合体 10% を 1% カセイソーダ水溶液 12.0% 中に溶解した樹脂水溶液中にトルエン 4.0% を乳化分散せしめた原料液を加圧ノズル法により 70 kg/cm<sup>2</sup> の圧力下で、固化水（塩化マニガン 5% 水溶液）のシャワー状に噴霧してある塔内にスプレーし、同様処理して平均粒子径 6.0 μ、真比重 0.95 のトルエン内包のサラサラした微粉体を得た。

#### 実施例 4



特開昭52-11180(3)  
実施例 1において原料液を加圧ノズル法 (100 kg/cm<sup>2</sup>) でまた固化水を 10% 硫酸アルミニウム水溶液として、その他は同様処方にて平均粒子径 3.25 μ、真比重 1.10 の微粉体を得た。

#### 4. 図面の簡単な説明

図は、本発明を実施するに適した装置の概略図であり、A：固化水供給管、B：原料液噴霧管、C：受器、D：スプレー塔、P：固化水循環ポンプを表わす。

特許出願人 新日本理化株式会社

(7)

(8)

#### 4.添付書類の目録

- |            |     |
|------------|-----|
| 1) 明細書     | 1 通 |
| 2) 図面      | 1 通 |
| 3) 論書副本    | 1 通 |
| 4) 出願審査請求書 | 1 通 |

#### 5.前記以外の発明者

住所 京都市伏見区葭島矢倉町 13 番地

新日本理化株式会社内

氏名 田嶋英二

住所 同上

氏名 稲地賛治